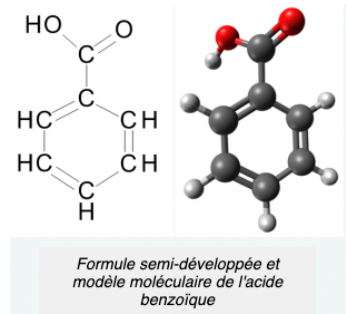


**But de la manipulation et principe :**

L'acide benzoïque (solide blanc) de formule  $C_6H_5 - COOH$  et les ions benzoate  $C_6H_5 - COO^-$  (aq) sont des additifs alimentaires utilisés comme conservateurs (boissons, sodas, ...) - code E320 -, car ils ont des propriétés fongicides à faibles doses. Pour ses usages alimentaires, l'acide benzoïque est obtenu par oxydation de l'alcool benzylique en milieu basique en présence d'un oxydant en excès.

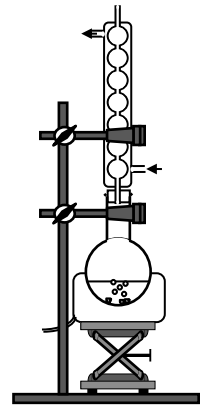


**Données :**

- **Alcool benzylique ( $C_6H_5 - CH_2OH$ )**
  - Masse Molaire :  $M = 108 \text{ g.mol}^{-1}$  ; densité:  $d = 1,04$  ; Solubilité dans l'eau à  $20^\circ\text{C}$  :  $35 \text{ g.L}^{-1}$  ;
- **Acide benzoïque ( $C_6H_5 - COOH$ ) :**
  - Masse Molaire :  $M = 122 \text{ g.mol}^{-1}$  ; Solubilité dans l'eau : à  $20^\circ\text{C}$  :  $2,4 \text{ g.L}^{-1}$  et à  $10^\circ\text{C}$  :  $1,5 \text{ g.L}^{-1}$  ;
  - **Benzoate de sodium, solide blanc ( $C_6H_5 - COONa$ )** : Solubilité dans l'eau : à  $20^\circ\text{C}$  :  $400 \text{ g.L}^{-1}$ .

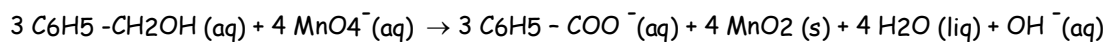
**1. Première étape : Synthèse de l'ion benzoate (Manipuler avec blouse et lunettes de protection)**

- Protocole expérimental
- Introduire dans un ballon :
  - Quelques grains de pierre ponce ;
  - Précisément 2,00 mL d'alcool benzylique (sous hotte) ;
  - Environ 2 g de carbonate de sodium ;
  - Environ 100 mL d'une solution de permanganate de potassium de concentration molaire  $C = 0,30 \text{ mol.L}^{-1}$  en permanganate de potassium ;
- Préparation du montage à reflux :
  - Adapter le réfrigérant à boules sur le ballon et lancer la circulation d'eau du **BAS** vers le **HAUT** ;
  - Elever la chauffe-ballon sous le ballon à l'aide l'élevateur (L'élevateur doit être en position **HAUTE**, de façon à pouvoir baisser le ballon si la réaction s'emballe).
- Chauffer **légèrement** le mélange pendant une vingtaine de minutes (thermostat 2-3) ;
- Descendre le ballon et couper le chauffage, tout en maintenant la circulation d'eau quelques minutes.



Au cours de la réaction, il se forme un précipité marron. Il s'agit du dioxyde de manganèse  $MnO_2(s)$  obtenu au cours de la réaction d'oxydoréduction qui a lieu entre les ions permanganate et l'alcool benzylique.

L'équation de la réaction est la suivante :



**2. Seconde étape : isolement du benzoate de sodium**

Protocole expérimental

- Refroidir le mélange contenu dans le ballon sous un filet d'eau froide ;
- Elimination de l'excès d'ion permanganate : Ajouter dans le ballon, quelques mL d'une solution aqueuse de sulfite de sodium (20% en masse) jusqu'à disparition de la coloration violette du mélange ;
- Elimination du dioxyde de manganèse : - Filtrer sur Büchner le mélange obtenu ;  
- Récupérer le filtrat dans un bécher de 200 mL.

**3. Troisième étape : Cristallisation et extraction de l'acide benzoïque**

Cristallisation de l'acide benzoïque :

- Placer le bécher contenant le filtrat dans un bain eau-glace ;
- Ajouter à l'aide d'une éprouvette environ 10 mL d'une solution aqueuse d'acide chlorhydrique à  $5 \text{ mol.L}^{-1}$ , observer la cristallisation de l'acide benzoïque.

## Questions

### 1<sup>ère</sup> étape :

- 1/ Rôle de la pierre ponce
- 2/ a/ Rôles du chauffage à reflux  
b/ Pourquoi chauffe-t-on légèrement ?
- 3/ Quelle est la formule du carbonate de sodium ? Quel est son rôle ?
- 4/ Quels sont les deux couples d'oxydoréduction mis en jeu ? Retrouver l'équation
- 5/ Quel est le réactif limitant ?
- 6/ Que reste-t-il à la fin des 20 minutes dans le ballon ?

### 2<sup>ème</sup> étape :

- 1/ Ecrire la réaction entre les ions permanganate et les ions sulfites  $\text{SO}_3^{2-}(\text{aq})$  sachant que les couples sont :  
 $\text{MnO}_4^- (\text{aq}) / \text{MnO}_2 (\text{s})$  et  $\text{SO}_4^{2-} (\text{aq}) / \text{SO}_3^{2-} (\text{aq})$
- 2/ Pourquoi fait-on une filtration sur buchner pour éliminer le dioxyde de manganèse ?
- 3/ Que recueille-t-on ? le filtrat ou le gâteau ?

### 3<sup>ème</sup> étape :

- 1/ a/ Pourquoi ajoute-on une solution aqueuse d'acide chlorhydrique (contenant les ions  $\text{H}^+(\text{aq})$  et  $\text{Cl}^-(\text{aq})$ ) ?  
b/ Ecrire l'équation
- 2/ Pourquoi a-t-on mis le mélange dans un bain eau glace ?
- 3/ Calculer la masse théorique d'acide benzoïque que l'on devrait obtenir.